# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

## JP 5163075 A

2/19/9

DIALOG(R) File 351: Derwent WPI

(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

009546310

WPI Acc No: 1993-239853/199330

XRAM Acc No: C93-106734

Brazing material mfr. for non-oxide ceramics - by positioning brazing material consisting of deactivating metal and vanadium between non-oxide

ceramics

Patent Assignee: NIPPON CEMENT KK (NICF )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Week
JP 5163075 A 19930629 JP 91353191 A 19911217 199330 B

Priority Applications (No Type Date): JP 91353191 A 19911217

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

JP 5163075 A 4 C04B-037/00

Abstract (Basic): JP 5163075 A

A brazing material for non-oxide ceramics (such as silicon nitride and sialon etc.) comprises (by wt.) deactivating metallic material (e.g. Pd, Au, Cu, Ni system etc.): 80-99% and V: 20-1%. When combining the non-oxide ceramics, the brazing material is positioned between each non-oxide ceramics material and heated to 1000-1200 deg.C.

USE/ADVANTAGE - Used for combining non-oxide ceramics material.

Esp. combined strength can be improved

Dwg.0/0

Title Terms: BRAZE; MATERIAL; MANUFACTURE; NON; OXIDE; CERAMIC; POSITION; BRAZE; MATERIAL; CONSIST; DEACTIVATE; METAL; VANADIUM; NON; OXIDE; CERAMIC

Derwent Class: L02

International Patent Class (Main): C04B-037/00

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): L02-J01C

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

庁内整理番号

(11)特許出願公開番号

## 特開平5-163075

(43)公開日 平成5年(1993)6月29日

(51) Int.Cl.5

識別記号

FΙ

技術表示箇所

C 0 4 B 37/00

В

## 審査請求 未請求 請求項の数3(全 4 頁)

| (22)出顧日 平成3年(1991)12月17日 | 日本セメント株式会社<br>東京都千代田区大手町1丁目6番1号<br>(72)発明者 石田 陽一<br>東京都板橋区前野町3-40-10<br>(72)発明者 花岡 修<br>千葉県千葉市検見川町1-738-1 |
|--------------------------|---|
| (22)出顧日 平成3年(1991)12月17日 | (72)発明者 石田 陽一<br>東京都板橋区前野町 3 - 40-10<br>(72)発明者 花岡 修  |
|                          | 東京都板橋区前野町 3 -40-10<br>(72)発明者 花岡 修  |
|                          | (72)発明者 花岡 修  |
|                          |   |
|                          | 千葉県千葉市検見川町 1 -738-1   |
|                          |   |
|                          | (72)発明者 南 信之  |
|                          | 千葉県千葉市武石町 2 -630-1  |
|                          | (72)発明者 吉田 秀人   |
|                          | 神奈川県鎌倉市浄明寺5-4-7   |
|                          | (74)代理人 弁理士 宮越 典明   |

(54) 【発明の名称】 非酸化物セラミックス接合用ロウ材及びその接合方法

## (57) 【要約】

【目的】 非酸化物セラミックス(窒化珪素、サイアロン等)の接合用ロウ材及びその接合方法を提供すること。

【構成】 非酸化物セラミックスの接合手段として、Pd、Au、Cu、Ni系の非活性金属材に20~1重量%のVを添加したロウ材を使用すること、並びに、該ロウ材を用いて非酸化物セラミックス同志を1000~1200℃に加熱し、接合すること。

【効果】 高温域 (800℃) での接合強度が顕著に改善された非酸化物セラミックス接合体が得られる。そして、本発明により、例えば自動車用エンジンやガスターピン等の高温機構部品に使用できる非酸化物セラミックス接合体を提供することができる。

1

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 80~99重量%の非活性金属材及び20~1 重量%のVよりなることを特徴とする非酸化物セラミックス接合用ロウ材。

【請求項2】 非酸化物セラミックス間に80~99重量%の非活性金属材及び20~1重量%のVよりなるロウ材を挟み、1000~1200℃で加熱することを特徴とする非酸化物セラミックスの接合方法。

【請求項3】 非酸化物セラミックスが窒化珪素又はサイアロンである請求項1又は2記載の非酸化物セラミッ 10 クス接合用ロウ材又は非酸化物セラミックスの接合方法。

### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、非酸化物セラミックス(窒化珪素、サイアロン等)の接合用ロウ材及びその接合方法に関し、特に、非酸化物セラミックス接合体において、800℃程度の高温領域でその接合強度が改善される非酸化物セラミックスの接合用ロウ材及び非酸化物セラミックス同志の接合方法に関する。

[0002]

【従来の技術】窒化珪素やサイアロン等の非酸化物セラミックス同志を接合する方法として、従来より、(1) AgやCuに活性金属であるTiを1~4重量%添加したロウ材を使用し、このロウ材を非酸化物セラミックス間に挟み、800~1000℃に加熱する方法、(2) 非酸化物セラミックス同志の接合面間に、その非酸化物セラミックスを含有する焼結助材を挟み、1400℃以上で加熱する方法、などが知られている。

[0003]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記 (1)の従来法では、その接合温度が800~1000℃であって、1000℃以下と低いため、得られた非酸化物セラミックス接合体を、例えば自動車用エンジン等のような高温領域で用られる機構部品として使用する場合、800℃程度の温度に晒されると、その接合強度が極端に低下する欠点を有しており、この種機構部品用として実用化には程違いものであった。また、上記(2)の従来法では、その接合温度が1400℃以上と極めて高温であるため、その加熱に要するエネルギーが大量必要とする欠点を有して 40 いる。

【0004】ところで、窒化珪素やサイアロン等の接合体を、例えば自動車用エンジンやガスタービン等のような高温機構部品に使用できるようにするため、800℃程度の高温に耐えるこの種接合体の接合方法の開発、つまり、1000~1200℃の温度域で接合する手段の開発が強く要望されている。そこで、本発明は、上記要望に沿う非酸化物セラミックス接合用ロウ材及びその接合方法を提供することかを目的とし、詳細には、800℃程度の高温領域で使用に耐える接合強度を有する非酸化物セラミッ50

クス接合体を得るための非酸化物セラミックス接合用ロウ材及びその接合方法を提供することを目的とする。

[0005]

【課題を解決するための手段】そして、本発明は、Pd、Au、Cu、Ni系などの非活性金属材に所定量のVを添加したロウ材を使用すること、並びに、該ロウ材を用いて非酸化物セラミックス同志を1000~1200℃に加熱して接合させることを特徴とし、これによって、上記目的を達成したものである。即ち、本発明は、80~99重量%の非活性金属材及び20~1重量%のVよりなることを特徴とする非酸化物セラミックス接合用ロウ材、並びに、非酸化物セラミックス間に80~99重量%の非活性金属材及び20~1重量%のVよりなるロウ材を挟み、1000~1200℃で加熱することを特徴とする非酸化物セラミックスの接合方法を要旨とするものである。

【0006】以下、本発明を詳細に説明すると、本発明において、接合用非酸化物セラミックスとしては、窒化 珪素やサイアロン等を用いることができ、窒化珪素同志 又はサイアロン同志を接合することができる。また、本 20 発明におけるロウ材の成分(マトリックス成分)である 非活性金属材としては、限定するものでないが、Au、Cu、Ni、Pd系などを使用することができ、具体的にこの組成を例示すれば、

92wt%Cu-2wt%Al-2wt%Mn-3wt%Si、 30wt%Au-36wt%Ni-34wt%Pd、 71wt%Ni-19wt%Cr-8wt%Si-2wt%B、 等を用いることができる。

【0007】そして、本発明のロウ材は、上記した非活性金属材をマトリックスとするものに活性金属であるV 30 を添加したロウ材であり、その組成は、重量%で80~99 %の非活性金属材と20~1%のVからなるロウ材であ り、その融点は、1000~1200℃のものである。Vの添加 量がこの範囲外では、高温(800℃)下での非酸化物セ ラミックス接合体の強度が小さくなるので好ましくな い。

[8000]

【作用】本発明は、窒化珪素又はサイアロン等の非酸化物セラミックス同志を1000~1200℃で接合することを目的として、Pd、Au、Ni、Cu系などの非活性金属材をマトリックスとし、これにVを添加したロウ材を用いるものであり、該ロウ材は、上記マトリックス成分に制限されず、その融点を1000℃以下に降下させることがなく、しかも、活性金属であるVの添加により、非酸化物セラミックスの表面へのロウのヌレ性を向上せさ、非酸化物セラミックス同志を強固に接合させる作用が生じる。

[0009]

【実施例】次に、本発明の実施例を比較例と共に挙げ、 本発明をより詳細に説明する。

0 (実施例、比較例)接合用の非酸化物セラミックスとし

3

て、3×4×20mmの大きさのサイアロン及び窒化珪素(いずれも日本セラテック社製)を使用し、その3×4mm面で接合させた。接合用ロウ材として、表1に示すロウNo. A、B及びCの3種類のマトリックス成分を用い、これに表2に示す各量の活性金属V箔を添加したロウ材を使用した。接合条件として、真空中(10<sup>-5</sup> Torr以下)とし、表1に示す接合温度、即ち、A組成に係るものでは1050℃、B組成に係るものでは、1180℃、C組成に係るものでは1170℃で30分間加熱し、3×4×40mmの接合体を得た。

【0010】得られた接合体の接合強度は、800℃でJIS R 1601に基づく4点曲げ試験法で求めた。その結果を表2に示す。即ち、表2に示す活性金属量(V添加量)を配合し、そして、

(1) ロウ材のマトリックスとして表1のA材を用いて接\*

\*合したサイアロン同志の接合体の強度(試料No.1~4)

- (2) 同じくA材を用いて接合した窒化珪素同志の接合体 の強度(同5~8)
- (3) 同じくB材を用いて接合したサイアロン同志の接合体の強度(同9~12)
- (4) 同じくB材を用いて接合した窒化珪素同志の接合体 の強度(同13~16)
- (5) 同じくC材を用いて接合したサイアロン同志の接合 体の強度(同17~20)
- 10 (6) 同じくC材を用いて接合した窒化珪素同志の接合体 の強度(同21~24)

をそれぞれ表2に示す。なお、表2中○印は本発明の実 施例を示し、●印は比較例を示す。

[0011]

【表1】

[表1 マトリックスとなるロウ材の組成]

| ロウ<br>No. | 成  |    |   | 犮  | 分 (wt%) |    |    |    |    | 接合温度 |  |
|-----------|----|----|---|----|---------|----|----|----|----|------|--|
| 110.      | Åu | A£ | В | Cr | Cu      | Mn | Ni | Pd | Si | (°C) |  |
| A         |    | 2  |   |    | 92      | 2  |    |    | 3  | 1050 |  |
| В         | 30 |    |   |    |         |    | 36 | 34 |    | 1180 |  |
| С         |    |    | 2 | 19 |         |    | 71 |    | 8  | 1170 |  |

[0012]

【表2】

5

[表2 実施例-比較例]

6

| 試料<br>No. | マトリックス<br>ロウ | 接 合 用 セラミックス | 活性金属量<br>(wt%) | 強度<br>(MPa) | 備考 |
|-----------|--------------|--------------|----------------|-------------|----|
| 1         |              |              | 0.5            | 1 5         | •  |
| 2         |              | サイアロン        | 1. 0           | 101         | 0  |
| 3         | A            |              | 2 0            | 105         | 0  |
| 4         |              |              | 3 0            | 9           | •  |
| 5         |              |              | 0.5            | 1 1         | •  |
| 6         |              | 窒化珪素         | 1. 0           | 110         | 0  |
| 7         |              |              | 2 0            | 1 1 5       | 0  |
| 8         |              |              | 3 0            | 1 3         | •  |
| 9         |              |              | 0.5            | 1 5         | •  |
| 10        | В            | サイアロン        | 1. 0           | 1 2 5       | 0  |
| 1 1       |              |              | 2 0            | 1 3 6       | 0  |
| 1 2       |              |              | 3 0            | 2 1         | •. |
| 1 3       |              |              | 0.5            | 4 4         | •  |
| 1 4       |              | 窒化珪素         | 1.0            | 1 3 3       | 0  |
| 1 5       |              | 至化压米         | 2 0            | 1 4 3       | 0  |
| 1 6       |              |              | 3 0            | 3 5         | •  |
| 1 7       |              |              | 0.5            | 3 7         | •  |
| 18        |              | サイアロン        | 1.0            | 1 3 3       | 0  |
| 19        |              | , , , , L J  | 2 0            | 1 4 3       | 0  |
| 2 0       | С            |              | 3 0            | 4 0         | •  |
| 2 1       |              |              | 0.5            | 3 1         | •  |
| 2 2       |              |              | 1.0            | 141         | 0  |
| 2 3       |              | 窒化珪素         | 2 0            | 155         | 0  |
| 2 4       |              |              | 3 0            | 2 5         | •  |

[備考中○印:実施例 ●印:比較例]

【0013】表2から明らかなように、非活性金属材で 40 あるA材、B材及びC材に活性金属Vを1.0w t %及び 2.0w t %添加したロウ材を用いて得た非酸化物セラミックス接合体(本発明の実施例)では、その 800℃における接合強度が100~150MPaであることが理解できる。これに対して、活性金属であるVの添加量が1.0~2.0w t %の範囲外である0.5w t %及び30w t %を添加したものでは、その接合強度が44MPa以下と小さく、到底実用に耐えるものが得られなかった。

[0014]

【発明の効果】本発明は、以上詳記したとおり、非酸化物セラミックス同志の接合手段として、非活性金属材に所定量のVを添加したロウ材を使用すること、並びに、このロウ材を用いて1000~1200℃に加熱して接合することを特徴とするものであり、これによって、高温域(800℃)での接合強度が顕著に改善された非酸化物セラミックス接合体が得られる効果が生ずる。そして、本発明により、例えば自動車用エンジンやガスターピン等のような高温機構部品に使用できる非酸化物セラミックス接合体を提供することができる。